

Kualitas air laut – Bagian 5: Cara uji sulfat (SO_4^{2-}) dengan gravimetri



© BSN 2003

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
3.1 Prinsip.....	2
3.2 Bahan	2
3.3 Peralatan	2
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	3
3.5 Prosedur	3
3.6 Perhitungan	4
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	4
4.1 Jaminan mutu	4
4.2 Pengendalian mutu.....	4
5 Rekomendasi.....	5
Lampiran A (informatif) Presisi dan akurasi.....	6
Lampiran B (normatif) Pelaporan.....	7
Bibliografi	8

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air laut sebagaimana telah ditetapkan dalam keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air laut sebagaimana yang tercantum didalam keputusan Menteri tersebut.

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini disusun dengan mengadaptasi beberapa metode standar, seperti *ASTM*, *Standard Methods*, dan *JIS*, yang dikerjakan dengan cara melakukan validasi metode. Secara teknis, SNI ini disiapkan Sub Panitia Teknis *Parameter Uji Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dan telah disepakati dalam konsensus tanggal 29 Oktober 2002 di Jakarta.



Kualitas air laut – Bagian 5: Cara uji sulfat ($\text{SO}_4^{=}$) dengan gravimetri

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan sulfat, $\text{SO}_4^{=}$ dalam air laut dengan gravimetri.

2 Istilah dan definisi

2.1

larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.2

larutan induk sulfat, $\text{SO}_4^{=}$

larutan induk yang dibuat dengan cara melarutkan 0,3698 gram serbuk natrium sulfat, Na_2SO_4 ke dalam 1000 ml air suling dan mempunyai kadar sulfat, $\text{SO}_4^{=}$ 250 mg/l

2.3

larutan blanko

air suling yang tidak mengandung sulfat atau mengandung sulfat dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

2.4

blind sample

larutan baku dengan kadar tertentu yang dibuat oleh seorang analis atau penyelia untuk diuji kadarnya oleh analis yang lain

2.5

spike matriks

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.6

CRM (Certified Reference Material)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Senyawa sulfat dalam contoh uji air laut diendapkan dengan BaCl_2 dalam suasana asam menghasilkan endapan BaSO_4 yang berwarna putih. Endapan dipanaskan dalam tanur pada temperatur 800°C , kemudian didinginkan dan ditimbang. Berat BaSO_4 yang diperoleh ekuivalen dengan kadar SO_4^{2-} dalam contoh uji.

3.2 Bahan

- a) Larutan indikator metil merah

Larutkan 100 mg natrium metil merah dalam air suling sampai 100 ml.

- b) Asam klorida, HCl (1+1)

Encerkan 50 ml HCl pekat dengan air suling sampai 100 ml.

- c) Larutan barium klorida.

Larutkan 100 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 1000 ml air suling. Saring dengan kertas saring bebas abu.

- d) Pereaksi $\text{AgNO}_3\text{-HNO}_3$

Larutkan 1,7 g AgNO_3 dan 0,1 ml HNO_3 p dalam 100 ml air suling.

- e) Air suling.

- f) Kertas saring bebas abu (*Whatman* no.42).

- g) Serbuk natrium sulfat, Na_2SO_4 .

3.3 Peralatan

- a) Pemanas listrik;

- b) Oven pengering;

- c) Tanur dengan penunjuk temperatur;

- d) Desikator;

- e) Timbangan analitik;

- f) Gelas piala;

- g) Cawan porselin;

- h) Botol semprot;

- i) Saringan membran berukuran pori $0,45\ \mu\text{m}$;

- j) Gelas piala 500 ml.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- Apabila contoh uji keruh, saring dengan saringan membran berukuran pori 0,45 μm .
- Apabila contoh uji tidak segera dianalisis, awetkan dengan mendinginkan pada temperatur 4°C.

3.5 Prosedur

- Ukur 250 ml contoh uji dan masukkan kedalam gelas piala 500 ml.
- Atur pH 4,5–5,5 dengan menambahkan HCl menggunakan pH meter atau indikator metil merah sampai berwarna oranye.
- Tambahkan 1 ml -2 ml HCl.
- Panaskan sampai mendidih.
- Sambil dikocok, tambahkan secara perlahan larutan BaCl_2 hangat sampai proses pengendapan BaSO_4 sempurna, diamkan beberapa saat.
- Tambahkan larutan BaCl_2 sampai berlebih dan tidak terbentuk endapan lagi.
- Panaskan endapan BaSO_4 bersama larutan yang tersisa, pada temperatur 80°C –90°C selama paling sedikit 2 jam, tetapi lebih baik selama 24 jam.
- Timbang kemudian panaskan cawan porselin pada temperatur 105°C selama 2 jam sampai bebas air, kemudian dinginkan dalam desikator.
- Timbang dan panaskan cawan porselin sampai bobot tetap.
- Dinginkan endapan BaSO_4 yang didapatkan dari langkah 3.5 a) sampai 3.5 g) hingga temperatur kamar.
- Saring endapan BaSO_4 dengan kertas saring bebas abu (*Whatman* no.42).
- Cuci endapan BaSO_4 dengan air suling hangat sampai air cucian tidak mengandung klorida melalui tes dengan pereaksi $\text{AgNO}_3\text{-HNO}_3$.
- Letakkan kertas saring bersama endapan BaSO_4 dalam cawan porselin yang sudah diketahui bobotnya.
- Bakar dalam tanur pada temperatur 800°C \pm 5°C selama 1 jam.
- Dinginkan dalam desikator, kemudian timbang sampai bobot tetap.
- Lakukan analisis blanko: 250 ml air suling, lakukan langkah 3.5 b) – 3.5 o).
- Pembuatan *spike matriks*:
 - 200 ml contoh uji ditambahkan 50 ml larutan induk sulfat, SO_4^{2-} 250 mg/l, {lakukan langkah 3.5 b) – 3.5.o)}.
 - 200 ml contoh uji ditambahkan 50 ml air suling, lakukan langkah 3.5 b) – 3.5 o).

3.6 Perhitungan

- a) Hitung kadar sulfat dalam contoh uji dengan menggunakan rumus:

$$\text{mg } \text{SO}_4^{=} / \text{L} = \frac{\text{mg } \text{BaSO}_4 \times 411.6}{\text{mL contoh uji}}$$

- b) Persen temu balik (% Recovery, %R):

$$\% \text{ R} = \frac{\text{A}-\text{B}}{\text{C}} \times 100$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang *dispike*;

B adalah kadar contoh uji yang tidak *dispike*;

C adalah kadar larutan baku yang diperoleh

$$= \frac{y \times z}{v}$$

v

Keterangan:

y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);

z adalah kadar $\text{SO}_4^{=}$ yang ditambahkan (mg $\text{SO}_4^{=}$ /l);

v adalah volume akhir (ml).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- Gunakan timbangan dan tanur pembakar yang terkalibrasi (terverifikasi).
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum (*holding time*).

4.2 Pengendalian mutu

- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar sulfat dalam larutan blanko harus < batas deteksi.
- Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analis. Perbedaan hasil analisis duplo < 10%.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

- a) Lakukan analisis *CRM* (*Certified Reference Material*) atau *blind sample* atau metode *spike matriks* untuk kontrol akurasi. Kisaran persen temu balik adalah 90% – 110% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- b) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matriks*. Kisaran persen temu balik adalah 90% – 110%.
- c) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.



Lampiran A
(informatif)
Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji sulfat, $\text{SO}_4^{=}$ dalam air laut dengan gravimetrik telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis dalam satu laboratorium dengan waktu yang berbeda dan alat yang sama, memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 1,24 – 1,87.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji air laut ditambah larutan baku $\text{SO}_4^{=}$ dengan kadar sulfat, $\text{SO}_4^{=}$ 677,25 mg/l memberikan nilai antara 98,71% – 101,18%.



Lampiran B

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran duplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matriks* dan CRM atau *blind sample*.
- 12) Kadar sulfat dalam contoh uji.

Bibliografi

Hutagalung, Horas P., Dkk (Editor) 1997, *Metode Analisis Air Laut, Sedimen dan Biota*, Buku 2, Jakarta : P3O-LIPI.

Leonore S.F. Cleveri et al. 1998, *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*, No. 3112, 20th Edition, Washington DC : APHA, AWWA, WEF.

SNI 19-4190-1996, *Rujukan karya tulis*, Jakarta : DSN.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id